

**DE3305000**

Publication Title:

Process for the preparation of cyclopentanone

Abstract:

To increase the reaction rate, the process for the preparation of cyclopentanone from cyclopentene using molecular oxygen in a liquid phase in the presence of an alcohol, utilises a composite catalyst which contains 1) a palladium compound and 2) a copper compound and/or an iron compound.

-----  
Data supplied from the esp@cenet database - <http://ep.espacenet.com>

①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑪ **DE 33 05 000 A 1**

⑤1 Int. Cl. 3:  
**C 07 C 49/395**  
C 07 C 45/34

②1 Aktenzeichen: P 33 05 000.7  
②2 Anmeldetag: 14. 2. 83  
④3 Offenlegungstag: 13. 10. 83

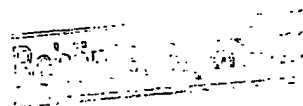
DE 33 05 000 A 1

③0 Unionspriorität: ③2 ③3 ③1  
17.02.82 JP P57-23891

⑦1 Anmelder:  
Agency of Industrial Science and Technology,  
Tokyo, JP

⑦4 Vertreter:  
Weber, D., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.; Seiffert, K.,  
Dipl.-Phys., Pat.-Anw., 6200 Wiesbaden

⑦2 Erfinder:  
Takehira, Katsuomi; Hayakawa, Takashi; Ishikawa,  
Toshio, Tsukuba, Ibaraki, JP



⑤4 Verfahren zur Herstellung von Cyclopentanon

Zur Beschleunigung der Reaktionsgeschwindigkeit verwendet das Verfahren zur Herstellung von Cyclopentanon aus Cyclopenten mit molekularem Sauerstoff in einer flüssigen Phase in Gegenwart eines Alkohols einen zusammengesetzten Katalysator, der 1) eine Palladiumverbindung und 2) eine Kupferverbindung und/oder eine Eisenverbindung enthält.  
(33 05 000)

DE 33 05 000 A 1

14.00.53  
Dr. Dieter Weber  
Klaus Seiffert

3305000  
Patentanwälte

Dipl.-Chem. Dr. Dieter Weber · Dipl.-Phys. Klaus Seiffert  
Postfach 6145 · 6200 Wiesbaden

D-6200 Wiesbaden 1

Gustav-Freytag-Straße 25  
Telefon 061 21/87 27 20  
Telegrammadresse: Willpatent  
Telex: 4-188247

Postcheck: Frankfurt/Main 87 83-802  
Bank: Dresdner Bank AG, Wiesbaden,  
Konto-Nr. 27880700 (BLZ 51080060)

Datum 11. Februar 1983

W/st

1 Agency of Industrial Science & Technology  
3-1, Kasumigaseki 1-chome, Chiyoda-ku,  
Tokyo, Japan

---

5

Verfahren zur Herstellung von Cyclopentanon

---

10

Priorität: 17. Februar 1982 aufgrund der japanischen  
Patentanmeldung Nr. 57-23891

---

### P a t e n t a n s p r ü c h e

---

15

1. Verfahren zur Herstellung von Cyclopentanon durch Oxidation von Cyclopenten mit molekularem Sauerstoff, dadurch gekennzeichnet, daß man in der Umsetzung einen zusammengesetzten Katalysator, der (1) eine Palladiumverbindung und (2) eine Kupferverbindung und/oder eine Eisenverbindung enthält, in einer flüssigen Phase in Gegenwart eines Alkohols verwendet.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man als Alkohol einen aliphatischen Alkohol mit 2 bis 20 Kohlenstoffatomen oder einen aromatischen ringsubstituierten Alkohol verwendet.

- 1 3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß man als Palladiumverbindung Palladiumchlorid, als Kupferverbindung Kupfer-I-chlorid oder Kupfer-II-chlorid und als Eisenverbindung Eisen-II-chlorid oder Eisen-III-chlorid verwendet.  
5
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß man bei einer Reaktionstemperatur im Bereich von Raumtemperatur bis 200°C arbeitet.
- 10 5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß man als Alkohol einen primären oder sekundären aliphatischen Alkohol mit 2 bis 6 Kohlenstoffatomen oder einen aromatischen ringsubstituierten primären Alkohol verwendet.  
15
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß man den zusammengesetzten Katalysator in solcher Menge zugibt, daß, bezogen auf die Cyclo-  
20 pentenmenge, die Palladiumverbindung in einer Menge von 0,001 bis 10 Gew.-% und die Kupferverbindung und/oder die Eisenverbindung in einer Menge von 0,01 bis 20 Gew.-% vorliegt.

25

30

35

1      Verfahren zur Herstellung von Cyclopentanon  
-----

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von  
5 Cyclopentanon und spezieller ein Verfahren zur Herstellung  
von Cyclopentanon aus Cyclopenten mit hohen Reaktionsge-  
schwindigkeiten und hohen Ausbeuten und Umwandlungen.

Cyclopentanon ist wie Cyclohexanon, das derzeit in Mengen  
10 als Ausgangsmaterial für Monomere für die Herstellung von  
Nylon und Polyester produziert wird, ein zyklisches Keton  
und hat chemische und physikalische Eigenschaften ähnlich  
denen von Cyclohexanon.

15 Wenn seine industrielle Produktion möglich ist, besteht ein  
potentieller Bedarf als Ausgangsmaterial für ein Monomeres  
für die Produktion von synthetischen Polymeren, und wegen  
seiner hohen Reaktivität wird es außerdem möglich, verschie-  
dene Derivate zu entwickeln. Beispielsweise wird Sebazin-  
20 säure, die derzeit als ein Ausgangsmaterial für Nylon 6,  
10 oder als ein Flugzeugschmieröl verwendet wird, durch  
alkalische Hydrolyse von Rizinusöl oder durch eine Kolbe-  
reaktion von Adipinsäure gewonnen. Wenn die industrielle  
Produktion von Cyclopentanon möglich ist, kann Sebazin-  
25 säure leicht aus diesem Keton erhalten werden.

Andererseits kann Cyclopenten, das als Ausgangsmaterial  
in dem Verfahren nach der Erfindung verwendet wird, leicht  
in hohen Ausbeuten durch Teilhydrierung (beispielsweise  
30 gemäß der japanischen Offenlegungsschrift Nr. 1292/1981)  
von Cyclopentadien erhalten werden, welches reichlich in  
der C<sub>5</sub>-Fraktion eines gekrackten Naphtha-Gemisches enthal-  
ten ist und dessen Verwendung in der Vergangenheit ein  
wichtiges Problem war.

35 Bezüglich eines Verfahrens zur Herstellung von Cyclopenta-  
non durch Oxidation von Cyclopenten mit molekularem Sauer-  
stoff wurde andererseits bereits ein Versuch gemacht, einen

- 1 Rhodiumkatalysator (1) oder einen Palladium/Heteropolysäure-  
katalysator (2) zu verwenden.

Es gab jedoch Nachteile, da im Falle des Katalysators (1),  
5 wie beispielsweise in J. Am. Chem. Soc. 100, S. 5437 (1978)  
von H. Mimoun et al gezeigt ist, es nur möglich ist, eine  
Ätherverbindung zu erhalten, während im Falle des Katalysa-  
tors (2), wie beispielsweise in Chem. Comm. 1981, S. 1274,  
von H. Ogawa et al gezeigt ist, es möglich ist, Cyclopen-  
10 tanon zu erhalten, doch ist die Reaktionsgeschwindigkeit  
dabei so gering, daß das Verfahren von geringem praktischem  
Wert ist, weil es übermäßig viel Palladiumkatalysator er-  
fordert.

- 15 Die der Erfindung zugrundeliegende Aufgabe bestand nun darin,  
die oben erwähnten Nachteile herkömmlicher Verfahren zur  
Herstellung von Cyclopentanon auszuschalten. Mit anderen  
Worten, ein erstes Ziel der Erfindung besteht darin, ein  
industriell vorteilhaftes Verfahren zur Herstellung von  
20 Cyclopentanon zu bekommen.

Ein zweites Ziel der Erfindung ist darin zu sehen, ein Ver-  
fahren zur Herstellung von Cyclopentanon zu erhalten, das  
als Katalysator einen zusammengesetzten Katalysator verwen-  
25 det, der (1) eine Palladiumverbindung und (2) eine Kupfer-  
verbindung und/oder eine Eisenverbindung enthält.

Ein drittes Ziel der Erfindung ist es, ein Verfahren zur  
Gewinnung von Cyclopentanon aus Cyclopenten in einer merk-  
30 lich kurzen Zeit in hohen Ausbeuten und hohen Selektivitäten  
zu erhalten.

Ein viertes Ziel der Erfindung besteht darin, ein Verfah-  
ren zur Erzeugung von Cyclopentanon aus Cyclopenten unter  
35 Verwendung eines billigeren Palladiumkatalysators zu erhal-  
ten.

Diese Ziele der Erfindung können durch Oxidation von Cyclo-

1 penten mit molekularem Sauerstoff in einer flüssigen Phase  
in Gegenwart eines Alkohols durch Verwendung eines zusammen-  
gesetzten Katalysators erreicht werden, der (1) eine Palla-  
diumverbindung und (2) eine Kupferverbindung und/oder eine  
5 Eisenverbindung enthält.

Nach der Erfindung wird zur Herstellung von Cyclopentanon  
durch Oxidation von Cyclopenten mit molekularem Sauerstoff  
ein zusammengesetzter Katalysator, der (1) eine Palladium-  
10 verbindung und (2) wenigstens eine Verbindung aus der Gruppe  
der Kupferverbindungen und Eisenverbindungen enthält, in  
einer flüssigen Phase in Gegenwart eines Alkohols verwendet.

Als die Palladiumverbindung, Kupferverbindung und Eisenver-  
15 bindung, die in diesem zusammengesetzten Katalysator benutzt  
werden können, können anorganische Salze, organische kom-  
plexe Salze oder dergleichen ohne irgendeine Beschränkung  
eingesetzt werden, doch sind besonders bevorzugt Chloride,  
wie Palladiumchlorid, Kupfer-I-chlorid, Kupfer-II-chlorid,  
20 Eisen-II-chlorid und Eisen-III-chlorid, da sie zu ausge-  
zeichneten Ergebnissen führen.

Ein solcher zusammengesetzter Katalysator kann hergestellt  
werden, indem man einfach beispielsweise Palladiumchlorid  
25 und Kupfer-II-chlorid, beide in einem festen Zustand in  
einen Reaktionskessel einspeist, und das resultierende Ge-  
misch zeigt auf einmal eine katalytische Aktivität.

Die zugesetzte Menge eines Katalysators ist derart, daß,  
30 bezogen auf Cyclopenten, eine Palladiumverbindung in einer  
Menge von 0,001 bis 10 Gew.-%, vorzugsweise von 0,01 bis  
1 Gew.-%, und eine Kupferverbindung und/oder eine Eisen-  
verbindung in einer Menge von 0,01 bis 20 Gew.-%, vorzugs-  
weise von 0,1 bis 10 Gew.-% vorliegt.

35 Wenn die Mengen einer Palladiumverbindung und einer Kupfer-  
verbindung und/oder einer Eisenverbindung, die zugesetzt  
werden, kleiner wären als die obigen Untergrenzen, würde

1 die Reaktionsgeschwindigkeit merklich vermindert, und wenn  
die Mengen die oberen Grenzen überschreiten würden, würde  
eine weitere Steigerung der Reaktionsgeschwindigkeit mit  
Zunahme der Zugabemengen nicht beobachtet.

5

Als der bei der Erfindung verwendete Alkohol kann ein ali-  
phatischer Alkohol mit 2 - 20 Kohlenstoffatomen oder ein  
ringssubstituierter aromatischer Alkohol verwendet werden,  
und soweit der Alkohol ein solcher ist, der im Bereich der  
10 Reaktionstemperatur, d. h. von Raumtemperatur bis 200°C,  
flüssig ist, gibt es keine spezielle Beschränkung, und der  
Alkohol kann linear oder verzweigt-kettig, primär, sekun-  
där oder tertiär sein. Dessen ungeachtet sind primäre oder  
sekundäre aliphatische Alkohole mit 2 bis 6 Kohlenstoffa-  
15 tomen, wie Äthylalkohol, Propylalkohol, Isopropylalkohol,  
Butylalkohol, Isobutylalkohol, Pentylalkohol und Hexylalko-  
hol, sowie aromatische ringssubstituierte primäre Alkohole,  
wie Benzylalkohol, Phenyläthylalkohol oder Phenylpropylal-  
kohol, bevorzugt, da sie ausgezeichnete Ergebnisse erbringen.

20

Außerdem haben diese Alkohole den Vorteil, daß sie alleine  
oder als ein Gemisch mit einem anderen mit ihnen verträg-  
lichen Lösungsmittel, wie Benzol, Cyclohexan oder Wasser,  
verwendet werden können.

25

Die Zugabe eines Alkohols ist ein wesentlicher Faktor nach  
der Erfindung. Eine Senkung seiner Menge verursacht eine  
Abnahme der Reaktionsgeschwindigkeit, und in Abwesenheit  
eines Alkohols läuft die Reaktion nicht ab, und es wird  
30 keine Bildung von Cyclopentanon beobachtet.

Die Menge eines zugesetzten Alkohols ist gewöhnlich nicht  
geringer als 20 Gew.-%, vorzugsweise ein Äquivalentgewicht bis  
zum Fünffachen des Gewichtes des Cyclopentens. Wenn die  
35 Menge eines zugesetzten Alkohols kleiner als die obige  
Untergrenze ist, wird die Reaktionsgeschwindigkeit merklich  
vermindert, während, wenn die Menge die obige Obergrenze  
überschreitet, eine Steigerung der Reaktionsgeschwindigkeit



1 mit der Steigerung der Menge nicht beobachtet wird.

Als molekularer Sauerstoff kann reines Sauerstoffgas oder Luft verwendet werden, und diese Gase sind wirksam in einem Druckbereich von Atmosphärendruck bis zu  $30 \text{ kg/cm}^2$ .

Die Umsetzung kann bei einer Reaktionstemperatur im Bereich von Raumtemperatur bis  $200^\circ\text{C}$  durchgeführt werden, doch vorzugsweise wird die Reaktion bei einer Reaktionstemperatur im Bereich von  $40$  bis  $150^\circ\text{C}$  durchgeführt, da zu niedrige Reaktionstemperaturen eine niedrigere Reaktionsgeschwindigkeit bewirken, während zu hohe Reaktionstemperaturen einen Verlust an Lösungsmitteln und verschiedenen Nebenreaktionen verursachen.

15

Gewöhnlich wird die Umsetzung in der Weise durchgeführt, daß man einen Alkohol, eine Palladiumverbindung, eine Kupferverbindung und /oder eine Eisenverbindung in einen Reaktionskessel einspeist, den Kessel mit Sauerstoff unter Druck bringt und das Reaktionsgemisch rührt oder schüttelt.

20

Gemäß der Erfindung ist es möglich, die Reaktionsgeschwindigkeit erheblich zu steigern.

25 Beispielsweise im Vergleich mit einem anderen Katalysator als einem zusammengesetzten Katalysator nach der Erfindung, wie p-Benzochinon, hatte der zusammengesetzte Katalysator nach der Erfindung eine 1,5 bis 3-fach so große Sauerstoffaufnahme (in der gleichen Reaktionszeit) und eine etwa 30 2 bis 5 mal so starke Cyclopentenumwandlung und Cyclopentanonausbeute.

Im Vergleich mit einem herkömmlichen Palladium/Heteropoly-säurekatalysator ergab außerdem der Katalysator nach der 35 Erfindung eine 5 bis 10 mal so große Reaktionsgeschwindigkeit und eine 3 bis 7 mal so hohe Umwandlung und Ausbeute.

Außerdem kann der nach der Erfindung verwendete zusammenge-

1 setzte Katalysator hergestellt werden, indem man einfach  
eine Palladiumverbindung und eine Kupferverbindung und/oder  
eine Eisenverbindung in das Reaktionssystem einführt, und  
daher erfordert dieser Katalysator keine Operationen für  
5 die Katalysatorherstellung und ist äußerst vorteilhaft vom  
industriellen Standpunkt.

Demnach ist das Verfahren nach der Erfindung geeignet als  
ein Verfahren zur industriellen Produktion von Cyclopenta-  
10 non aus Cyclopenten.

Durch die nachfolgenden Beispiele wird die Erfindung erläu-  
tert. In diesen Beispielen wurden die Reaktionsprodukte  
durch Gaschromatographie analysiert.

15

#### Beispiel 1

In einen 100 ml Glaskolben wurden 5 ml Cyclopenten, 20 ml  
Äthylalkohol, 0,5 mMol Palladiumchlorid ( $\text{PdCl}_2$ ) und 2,5 <sup>H</sup>mMol  
20 Kupfer-II-chlorid ( $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) eingeführt und zwei Stunden  
bei einer Reaktionstemperatur von 50°C und bei einem Sauer-  
stoffdruck von 860 mmHg umgesetzt. Die Sauerstoffaufnahme  
und das Reaktionsprodukt wurden jede Stunde analysiert. Die  
Ergebnisse sind in der Tabelle I aufgeführt.

25

Tabelle I

| Reaktionszeit | Sauerstoffauf- | Cyclopenten- | Cyclopentanon- | Cyclopentanon- |
|---------------|----------------|--------------|----------------|----------------|
| (Stunden)     | nahme          | umwandlung   | ausbeute       | selektivität   |
|               | (mMol)         | (%)          | (%)            | (%)            |
| 30 1          | 8,9            | 30,9         | 27,2           | 88,1           |
| 2             | 19,7           | 68,5         | 56,9           | 83,2           |

35

1 Beispiel 2

Eine Umsetzung wurde während zwei Stunden in gleicher Weise wie in Beispiel 1 durchgeführt, jedoch mit der Ausnahme, daß an Stelle von 2,5 mMol Kupfer-II-chlorid ( $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) im Beispiel 1 2,5 mMol Eisen-III-chlorid ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) verwendet wurden. Die Ergebnisse sind in der Tabelle II gezeigt.

Tabelle II

10

| Reaktionszeit | Sauerstoffauf- | Cyclopenten- | Cyclopentanon- | Cyclopentanon- |
|---------------|----------------|--------------|----------------|----------------|
|               | nahme          | umwandlung   | ausbeute       | selektivität   |
| (Stunden)     | (mMol)         | (%)          | (%)            | (%)            |
| 1             | 8,2            | 27,0         | 23,1           | 85,7           |
| 15 2          | 17,1           | 53,3         | 45,9           | 86,1           |

Beispiel 3

Eine Umsetzung wurde während zwei Stunden auf gleiche Weise wie in Beispiel 1 durchgeführt, jedoch mit der Ausnahme, daß an Stelle von 20 ml Äthylalkohol im Beispiel 1 20 ml n-Propylalkohol verwendet wurden. Die Ergebnisse sind in der Tabelle III aufgeführt.

25

Tabelle III

| Reaktionszeit | Sauerstoffauf- | Cyclopenten- | Cyclopentanon- | Cyclopentanon- |
|---------------|----------------|--------------|----------------|----------------|
|               | nahme          | umwandlung   | ausbeute       | selektivität   |
| (Stunden)     | (mMol)         | (%)          | (%)            | (%)            |
| 30 1          | 23,8           | 84,5         | 64,5           | 76,3           |
| 2             | 31,8           | 100          | 67,4           | 67,4           |

Beispiel 4

35 Eine Umsetzung wurde während zwei Stunden auf gleiche Weise wie im Beispiel 3 durchgeführt, jedoch mit der Ausnahme, daß an Stelle von 2,5 mMol Kupfer-II-chlorid ( $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) im Beispiel 3 2,5 mMol Eisen-III-chlorid ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) verwen-

ldet wurden. Die Ergebnisse sind in der Tabelle IV gezeigt.

Tabelle IV

| Reaktionszeit<br>(Stunden) | Sauerstoffauf-<br>nahme<br>(mMol) | Cyclopenten-<br>umwandlung<br>(%) | Cyclopentanon-<br>ausbeute<br>(%) | Cyclopentanon-<br>selektivität<br>(%) |
|----------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|---------------------------------------|
| 1                          | 10,5                              | 38,9                              | 34,1                              | 87,7                                  |
| 2                          | 20,0                              | 70,5                              | 58,0                              | 82,3                                  |

10

Beispiel 5

Eine Umsetzung wurde während zwei Stunden auf gleiche Weise wie im Beispiel 4 durchgeführt, jedoch mit der Ausnahme, daß an Stelle von 20 ml n-Propylalkohol im Beispiel 4 20 ml n-Butylalkohol verwendet wurden. Die Ergebnisse sind in der Tabelle V gezeigt.

Tabelle V

20

| Reaktionszeit<br>(Stunden) | Sauerstoffauf-<br>nahme<br>(mMol) | Cyclopenten-<br>umwandlung<br>(%) | Cyclopentanon-<br>ausbeute<br>(%) | Cyclopentanon-<br>selektivität<br>(%) |
|----------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|---------------------------------------|
| 1                          | 11,1                              | 38,3                              | 31,3                              | 81,8                                  |
| 2                          | 21,7                              | 66,3                              | 58,2                              | 87,8                                  |

25

Beispiel 6

Eine Umsetzung wurde während zwei Stunden auf die gleiche Weise wie im Beispiel 1 durchgeführt, jedoch mit der Ausnahme, daß an Stelle von 2,5 mMol Kupfer-II-chlorid ( $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) im Beispiel 1 2,5 mMol Kupfersulfat ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) verwendet wurden. Die Ergebnisse sind in der Tabelle VI gezeigt.

1

Tabelle VI

| Reaktionszeit | Sauerstoff- | Cyclopenten- | Cyclopentanon- | Cyclopentanon- |
|---------------|-------------|--------------|----------------|----------------|
|               | aufnahme    | umwandlung   | ausbeute       | selektivität   |
| 5 (Stunden)   | (mmol)      | (%)          | (%)            | (%)            |
| 1             | 20,6        | 48,6         | 33,4           | 68,6           |
| 2             | 25,2        | 61,0         | 37,4           | 61,4           |

Beispiel 7

10

Eine Umsetzung wurde während zwei Stunden in der gleichen Weise im Beispiel 1 durchgeführt, jedoch mit der Ausnahme, daß an Stelle von 2,5 mmol Kupfer-II-chlorid ( $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) im Beispiel 1 2,5 mmol Kupferphosphat  $\text{[Cu}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$  verwendet wurden. Die Ergebnisse sind in der Tabelle VII gezeigt.

Tabelle VII

| Reaktionszeit | Sauerstoff- | Cyclopenten- | Cyclopentanon- | Cyclopentanon- |
|---------------|-------------|--------------|----------------|----------------|
|               | aufnahme    | umwandlung   | ausbeute       | selektivität   |
| 20 (Stunden)  | (mmol)      | (%)          | (%)            | (%)            |
| 1             | 9,9         | 30,6         | 18,5           | 60,5           |
| 2             | 13,6        | 40,6         | 22,8           | 56,1           |

25

Beispiel 8

Eine Umsetzung wurde während zwei Stunden auf die gleiche Weise wie im Beispiel 2 durchgeführt, jedoch mit der Ausnahme, daß an Stelle von 20 ml Äthylalkohol im Beispiel 2 20 ml n-Hexylalkohol verwendet wurden. Die Ergebnisse sind in der Tabelle VIII aufgeführt.

35

1

Tabelle VIII

| Reaktionszeit | Sauerstoff- | Cyclopenten- | Cyclopentanon- | Cyclopentanon- |
|---------------|-------------|--------------|----------------|----------------|
| (Stunden)     | aufnahme    | umwandlung   | ausbeute       | selektivität   |
|               | (mMol)      | (%)          | (%)            | (%)            |
| 1             | 7,1         | 29,4         | 21,2           | 72,0           |
| 2             | 15,1        | 51,2         | 48,3           | 94,3           |

Beispiel 9

10

Eine Umsetzung wurde während zwei Stunden auf die gleiche Weise wie im Beispiel 1 durchgeführt, jedoch mit der Ausnahme, daß an Stelle von 20 ml Äthylalkohol im Beispiel 1 20 ml Isopropylalkohol verwendet wurden. Die Ergebnisse sind in der Tabelle IX zusammengestellt.

15

Tabelle IX

| Reaktionszeit | Sauerstoff- | Cyclopenten- | Cyclopentanon- | Cyclopentanon- |
|---------------|-------------|--------------|----------------|----------------|
| (Stunden)     | aufnahme    | umwandlung   | ausbeute       | selektivität   |
|               | (mMol)      | (%)          | (%)            | (%)            |
| 1             | 5,5         | 22,9         | 22,7           | 99,3           |
| 2             | 15,7        | 56,2         | 47,2           | 84,1           |

25 Beispiel 10

Eine Umsetzung wurde während zwei Stunden auf die gleiche Weise wie im Beispiel 2 durchgeführt, jedoch mit der Ausnahme, daß an Stelle von 20 ml Äthylalkohol im Beispiel 2 20 ml Benzylalkohol verwendet wurden. Die Ergebnisse sind in der Tabelle X zusammengestellt.

30

-13-

1

Tabelle X

| Reaktionszeit<br>(Stunden) | Sauerstoff-<br>aufnahme<br>(mmol) | Cyclopenten-<br>umwandlung<br>(%) | Cyclopentanon-<br>ausbeute<br>(%) | Cyclopentanon-<br>selektivität<br>(%) |
|----------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|---------------------------------------|
| 1                          | 5,1                               | 22,4                              | 22,2                              | 99,1                                  |
| 2                          | 11,6                              | 41,6                              | 41,4                              | 99,5                                  |

Vergleichsbeispiel 1

10

Eine Umsetzung wurde während zwei Stunden auf gleiche Weise wie im Beispiel 1 durchgeführt, jedoch mit der Ausnahme, daß 2,5 mmol Kupfer-II-chlorid ( $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) im Beispiel 1 2,5 mmol p-Benzochinon verwendet wurden. Die Ergebnisse sind in der Tabelle XI gezeigt.

Tabelle XI

| Reaktionszeit<br>(Stunden) | Sauerstoff-<br>aufnahme<br>(mmol) | Cyclopenten-<br>umwandlung<br>(%) | Cyclopentanon-<br>ausbeute<br>(%) | Cyclopentanon-<br>selektivität<br>(%) |
|----------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|---------------------------------------|
| 1                          | 0,30                              | 9,2                               | 8,8                               | 95,9                                  |
| 2                          | 0,78                              | 15,6                              | 10,5                              | 67,2                                  |

25 Vergleichsbeispiel 2

Eine Umsetzung wurde während zwei Stunden auf die gleiche Weise wie im Beispiel 2 durchgeführt, jedoch mit der Ausnahme, daß an Stelle von 20 ml Äthylalkohol im Beispiel 2 30 20 ml Methylalkohol verwendet wurden. Die Ergebnisse sind in der Tabelle XII aufgeführt.

-14-

| 1 | Reaktionszeit | Sauerstoff- | Cyclopenten- | Cyclopentanon- | Cyclopentanon- |
|---|---------------|-------------|--------------|----------------|----------------|
|   |               | aufnahme    | umwandlung   | ausbeute       | selektivität   |
|   | (Stunden)     | (mmol)      | (%)          | (%)            | (%)            |
|   | 1             | 0           | 12,7         | 7,7            | 60,6           |
| 5 | 2             | 0           | 22,3         | 6,9            | 30,9           |

10

15

20

25

30

35